

بررسی عوامل موثر بر خواص کامپوزیت‌های متخلخل بر پایه کاربید سیلیسیم دارای اتصال

کوردیریتی تهیه شده به روش اتصال – واکنشی

الهام صفابخش^۱، ساسان اطرج^{۲*} و محمدرضا نیلفروشان^۳

چکیده

در این پژوهش، کامپوزیت‌های متخلخل بر پایه کاربید سیلیسیم دارای اتصال کوردیریتی به وسیله روش اتصال واکنشی ساخته شد. به همین دلیل از کاربید سیلیسیم، تالک و کائولن بعنوان مواد اولیه و از گرافیت و اسفنج پلی اورتان بعنوان عوامل ایجاد تخلخل برای ساخت این نوع کامپوزیت‌ها استفاده شد. در این ارتباط تاثیر پارامترهایی همانند نوع و مقدار مواد اولیه، مقدار کاربید سیلیسیم، نوع و مقدار عامل ایجاد تخلخل بر خواص این نوع کامپوزیت‌ها شامل مقدار تخلخل، استحکام مکانیکی، مقاومت در برابر شوک حرارتی، دیرگدازی تحت بار، ترکیب فازی و ریزساختار پس از پخت در دمای 1250°C مورد بررسی قرار گرفت. نتایج نشان داد که نوع و ترکیب مواد اولیه تاثیر زیادی بر مقدار فاز کوردیریت تشکیل شده دارد. همچنین فازهای کریستوبالیت، کوراندوم، مولایت اولیه و ثانویه علاوه بر کوردیریت در بدنه می‌توانند تشکیل شوند که مقدار آنها به نوع و ترکیب مواد اولیه و مقدار کاربید سیلیسیم وابسته است. از طرف دیگر نوع و مقدار عامل ایجاد تخلخل نیز بر استحکام مکانیکی تاثیر زیادی دارد. نتایج نشان داد که ترکیب کامپوزیت حاوی ۳۰ درصد وزنی گرافیت و ۶۰ درصد وزنی کاربید سیلیسیم از خواص مناسب‌تری برخوردارند. بررسی‌های ریزساختاری نیز تشکیل فاز اتصال کوردیریت به همراه مولایت را به گونه مناسب بین ذرات کاربید سیلیسیم تایید کرد.

واژه‌های کلیدی: کامپوزیت، متخلخل، کوردیریت، کاربید سیلیسیم، مولایت.

^۱ - دانشجوی کارشناسی ارشد، دانشکده فنی و مهندسی، دانشگاه شهرکرد.

^۲ - استادیار، دانشکده فنی و مهندسی، دانشگاه شهرکرد.

^۳ - دانشیار، دانشکده فنی و مهندسی، دانشگاه شهرکرد.

* - نویسنده مسئول مقاله: sasan.otroj@gmail.com

پیشگفتار

امروزه سرامیک‌های متخلخل از جمله سرامیک‌های متخلخل بر پایه کاربید سیلیسیم به صورت وسیعی در صنایع گوناگون مورد استفاده قرار گرفته‌اند. از جمله موارد کاربرد این نوع سرامیک‌های متخلخل می‌توان به فیلتر گازهای داغ و مذاب فلزات، محصولات دیرگداز، مبادله کننده‌های حرارتی برای توربین‌های گازی، الکترودها، ایمپلنت‌های جراحی، پایه‌های کاتالیست و اگزوز موتورهای دیزلی به دلیل نفوذ پذیری بالا و مقاومت بالای آنها در برابر مواد شیمیایی اشاره نمود [۵-۱]. با توجه به خواص و ویژگی‌ها، کاربید سیلیسیم از جمله مهمترین مواد در ساخت این فیلترها بشمار می‌روند. اما پخت سرامیک‌های بر پایه کاربید سیلیسیم در دماهای معمول به دلیل طبیعت پیوند کوالانت قوی Si-C مشکل می‌باشد. بنابراین، سرامیک‌های متخلخل بر پایه کاربید سیلیسیم برای پخت به دمای بالای 2000°C نیاز داشته که این امر ساخت و کاربردهای عملی آنها را محدود کرده است. از جمله راه کارهای مطرح در این مورد ایجاد فاز اتصالی مناسب بین ذرات کاربید سیلیسیم می‌باشد که هم به کاهش هزینه فرآوری منجر می‌شود و هم به حفظ خواص مناسب سرامیک متخلخل از جمله استحکام کمک می‌کند [۸-۳]. در این ارتباط Ding و همکارانش سرامیک‌های متخلخل بر پایه کاربید سیلیسیم با اتصال مولایت را پس از پخت در دمای $1550-1450^{\circ}\text{C}$ و در اتمسفر هوا بصورت آزمایشگاهی تولید کردند [۴]. با توجه به اینکه در این نوع سرامیک‌های متخلخل با اتصال مولایتی، پایداری حرارتی بالاتر و مقاومت اکسیداسیون بهتری مشاهده شده ولی سعی شده است که از کوردیریت به دلیل ضریب انبساط حرارتی پایین تر ($2/4 \times 10^{-6}/\text{K}$) در محدوده دمای $700-200^{\circ}\text{C}$ نسبت به مولایت ($5/4 \times 10^{-6}/\text{K}$) در محدوده دمای $700-200^{\circ}\text{C}$ استفاده شود [۱۰-۷]. این امر می‌تواند منجر به افزایش مقاومت در برابر شوک حرارتی شود. کوردیریت نیز به دلیل ویژگی‌های جالب از جمله مقاومت به شوک حرارتی عالی، دیرگدازی بالا، مقاومت شیمیایی و مکانیکی مناسب در دماهای بالا و ضریب انبساط حرارتی پایین از جمله سرامیک‌های مطرح برای ساخت فیلترها می‌باشد. بنابراین،

در سال‌های اخیر ایجاد پیوند و اتصال کوردیریتی برای سرامیک‌های متخلخل بر پایه کاربید سیلیسیم تحت شرایط دماهای نسبتاً پایین و اتمسفر هوای معمولی باعث توسعه این گروه از کامپوزیت‌ها شده است [۱۱-۷]. به گونه کلی برای ایجاد تخلخل و تهیه کامپوزیت متخلخل از یک عامل سوختنی به‌مراه مواد اولیه استفاده می‌شود. در این ارتباط استفاده از گرافیت و اسفنج پلیمری متداول تر است که هر کدام تخلخل‌ها و در نتیجه ویژگی‌های خاصی را برای کامپوزیت فراهم می‌کنند [۱۳-۱۰، ۴، ۲]. هدف از انجام این پژوهش ساخت کامپوزیت‌های متخلخل بر پایه کاربید سیلیسیم با اتصال کوردیریتی و دارای خواص بهینه می‌باشد. برای به دست آوردن حداکثر مقدار فاز کوردیریت به عنوان فاز زمینه و عامل اتصال در هنگام پخت و در نتیجه افزایش استحکام و بهبود خواص این نوع کامپوزیت‌ها در ابتدا نوع و درصد‌های مناسبی از مواد اولیه مصرفی شامل کائولن و تالک تعیین شده است. هم‌چنین تاثیر مقادیر گوناگون کاربید سیلیسیم نیز بر مقاومت در برابر شوک حرارتی، دیرگدازی تحت بار، ترکیب فازی و تاثیر درصد‌های گوناگون گرافیت بر استحکام و تخلخل بدنه کامپوزیت بررسی شده است. در نهایت خواص فیزیکی، مکانیکی و هم‌چنین ریزساختار این نوع کامپوزیت‌ها مورد بررسی قرار گرفته است.

مواد و روش پژوهش

مواد اولیه مصرفی به‌مراه آنالیز شیمیایی آنها در جدول ۱ ارایه شده است. بجز تالک جندق (منطقه یزد) بقیه مواد اولیه مصرفی از نوع شناخته شده تجاری می‌باشند. تالک لوزاناک (فرانسه) بصورت پودر ریزدانه، کائولن زلتیتز (جمهوری چک) کائولن WBB (انگلستان) بصورت فرآوری شده و بریکت شده و کاربید سیلیسیم (محصول چین) نیز با اندازه ذرات متوسط ۴۵ میکرومتر مورد استفاده قرار گرفتند. در این پژوهش در ابتدا هدف بر مبنای تشکیل فاز کوردیریت بعنوان فاز اتصالی زمینه کامپوزیت قرار گرفت و سپس اقدام به ساخت کامپوزیت شد. بدین منظور با توجه به آنالیز شیمیایی مواد اولیه و نسبت استوکیومتری کوردیریت، نسبت‌های گوناگون از کائولن‌ها و تالک‌های گوناگون برای تشکیل کوردیریت در

گرمایش کم $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ در کوره الکتریکی حرارت داده شدند. سپس پخت نهایی در دمای 1250°C به مدت ۳ ساعت تحت آتمسفر هوای معمولی انجام شد. در شکل ۱ تصویر نمونه‌های ساخته شده به وسیله دو روش گوناگون جهت ایجاد تخلخل ارائه شده است. جهت تعیین درصد تخلخل^۲ (O.P.) از روش غوطه وری استفاده گردید و برای تعیین استحکام خمشی نمونه‌ها^۳ (M.O.R.) نیز از روش بارگذاری سه نقطه‌ای استفاده شد. به دلیل بزرگ بودن اندازه و مقدار تخلخل‌های ناشی از اسفنج پلی اورتان مورد استفاده در نتیجه کاهش زیادی در استحکام بدنه-های کامپوزیت متخلخل شده با استفاده از اسفنج مورد نظر ایجاد شد که قابلیت اندازه‌گیری دقیق استحکام را با دستگاه‌های موجود فراهم نمی‌کرد و به همین دلیل مقادیر استحکام آنها ارائه نشده است. اندازه‌گیری مقاومت در برابر شوک حرارتی مطابق با استاندارد ASTM C1525-04 انجام شد. در این ارتباط نمونه‌های مکعب مستطیل ساخته شده در داخل کوره الکتریکی با دمای 1250°C به مدت ۱۵ دقیقه نگهداری شدند و بعد از کوره خارج و در داخل آب با دمای 20°C قرار داده شدند. پس از سرد شدن نمونه‌ها در داخل خشک کن با دمای 110°C به مدت ۲ ساعت استحکام خمشی آنها اندازه‌گیری شد. به گونه کلی ایجاد شوک حرارتی باعث کاهش استحکام می‌شود. بنابراین، مقدار استحکام خمشی باقیمانده (Residual strength) نمونه‌ها بعنوان معیاری از شوک حرارتی در نظر گرفته شد. دیرگدازی تحت بار^۴ (R.U.L.) با استفاده از دستگاه Netzsch مدل CIC-421 و تحت اعمال بار ثابت $0.2 \text{ N}/\text{mm}^2$ ارزیابی شد. در این ارتباط از نمونه‌های ساخته شده بصورت استوانه‌ای با قطر و ارتفاع ۵ cm استفاده شد. بدین منظور دمایی که در آن کاهش ارتفاع نمونه‌ها به مقدار 0.5% اتفاق افتاده بود بعنوان دمای تحمل دیرگداز ($T_{0.5}$) در نظر گرفته شد. هم‌چنین شناسایی نوع فازهای تشکیل شده به وسیله روش آنالیز فازی (Diffraction, Bruker, X-Ray)

نظر گرفته شد تا بیش‌ترین مقدار فاز کوردیریت حاصل گردد. جهت تعیین دقیق‌تر نسبت‌های $70/30$ ، $75/25$ و $65/35$ بین تالک/کائولن برای اثر برسی اثر مواد اولیه انتخاب شد. بدین منظور مواد اولیه با نسبت‌های مشخص توزین و سپس به وسیله بالمیل با گلوله‌های آلومینایی به مدت ۲ ساعت ترسب و مخلوط گردید. سپس دوغاب حاصل خشک و گرانوله شد و به کمک پرس تک محوره تحت فشار 60 MPa نمونه‌هایی بصورت قرص‌هایی با ابعاد (۳۰ میلیمتر قطر \times ۱۰ میلیمتر ارتفاع) و استوانه‌هایی با قطر و ارتفاع ۵ cm و هم‌چنین مکعب مستطیل‌هایی با ابعاد (۵۰ میلیمتر \times ۱۰ میلیمتر \times ۵ میلیمتر) تهیه شد. نمونه‌های تهیه شده در دمای 1250°C با زمان ماندگاری ۳ ساعت پخته شدند. با انجام آنالیز فازی مناسب‌ترین ترکیب مشخص شد و برای ساخت کامپوزیت بر پایه کاربید سیلیسیم با اتصال کوردیریتی مورد استفاده قرار گرفت. در این پژوهش به دو روش کامپوزیت متخلخل تهیه شد. در روش اول از گرافیت (بصورت پودر حاوی ذرات با اندازه‌هایی کوچکتر از ۴۵ میکرون) بعنوان عامل ایجاد تخلخل ناشی از سوختن آن استفاده شد و در این ارتباط تاثیر مقادیر ۴۰-۱۰ درصد وزنی آن بر مقدار تخلخل و استحکام خمشی کامپوزیت حاصل مورد بررسی قرار گرفت. در روش دوم از ساخت دوغاب و اسفنج پلیمری استفاده گردید. بدین منظور ابتدا دوغابی همگن متشکل از تالک، کائولن، کاربید سیلیسیم و هم‌چنین $0.1-0.3$ درصد وزنی PVA^۱ به عنوان چسب و 0.5 درصد درصد وزنی اسید فسفریک به عنوان عامل فلوکوله کننده دوغاب تهیه شد [۱۲]. در این ارتباط مقادیر جامد و آب برای ساخت دوغاب برای رسیدن به وزن لیتر ۱۶۵۰ گرم بر لیتر در نظر گرفته شد. اسفنج‌های پلی اورتان با اندازه حفرات ۲۵ حفره در هر اینچ با ابعاد $25 \times 40 \times 40 \text{ mm}$ بریده و در دوغاب غوطه ور گردید. سپس اسفنج پس از فشرده شدن داخل دوغاب قرار داده شد تا حفرات آن پر از دوغاب گردید. پس از خروج دوغاب‌های اضافی از اسفنج مرحله خشک شدن آن در خشک کن صورت گرفت. به گونه کلی جهت سوختن گرافیت و اسفنج ابتدا تمامی نمونه‌ها در محدوده دمای $400-800^{\circ}\text{C}$ با سرعت

² - Open Porosity

³ - Modulus of Rupture

⁴ - Refractoriness Under Load

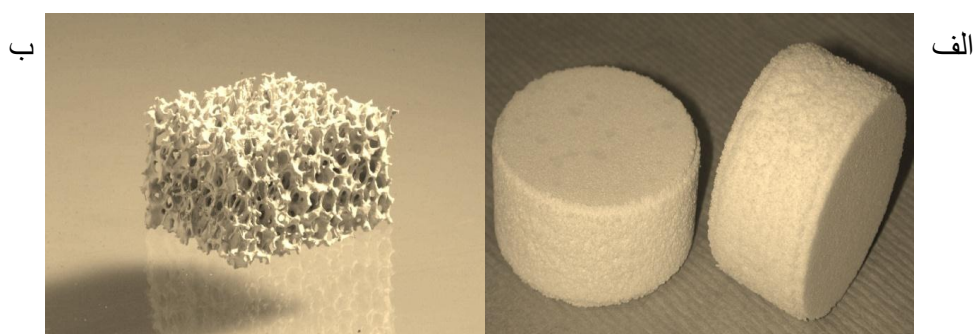
¹ - Polyvinyl Alcohol

شکست نمونه‌ها انجام شد. بررسی‌های ریزساختاری نمونه‌های متخلخل شده با استفاده از اسفنج پلی‌اورتان نیز به وسیله میکروسکوپ نوری (دستگاه استریومیکروسکوپ مدل Wild M8 ساخت شرکت Wild سوئیس) انجام گرفت. بدین منظور از نور انعکاسی جهت بررسی و تهیه عکس‌های میکروسکوپی استفاده شد.

(D8ADVANCE, Germany) صورت گرفت و از نرم افزار این دستگاه (X'Pert Highscore Plus) برای آنالیز نیمه کمی و تعیین درصد فازهای تشکیل شده استفاده شد. بررسی‌های ریزساختاری نیز با استفاده از میکروسکپ الکترونی روبشی (SEM) مدل Stereo Scan 360-Leica Cambridge بر روی سطح

جدول ۱- آنالیز شیمیایی مواد اولیه مصرفی.

مواد متشکله (درصد وزنی)	ماده اولیه				
	کائولن WBB	کائولن زلتیتز	تالک جندق	تالک لوزاناک	کاربید سیلیسیم
Al ₂ O ₃	۳۵/۴	۴۸/۳۶	۱/۳۵	۰/۶۷	۰/۴
SiO ₂	۴۸/۸	۴۸/۳۴	۵۹/۹۸	۶۲/۷۰	۱
MgO	-	۰/۲۸	۲۶/۸۵	۳۱/۳۰	-
Na ₂ O	-	۰/۰۴	۰/۳۱	-	-
K ₂ O	۱/۴	۰/۰۴	۰/۰۷	-	-
Fe ₂ O ₃	۱/۶	۱/۸۶	۰/۰۷	-	-
CaO	۰/۸	۰/۷۰	۰/۰۷	۰/۲۷	۰/۰۳
TiO ₂	-	۰/۰۸	۲/۳۱	۰/۶۹	-
Free C	-	۰/۰۴	-	-	-
SiC	-	-	-	-	-
L.O.I	-	-	-	-	۰/۵
	-	-	-	-	۹۶/۵
	۱۱/۶	۱۲/۱۴	۷/۰۸	۴/۸۲	۱/۲



شکل ۱- نمونه‌های ساخته شده با استفاده از دو عامل گوناگون ایجاد تخلخل (الف) گرافیت (ب) اسفنج پلی‌اورتان.

($2Al_2O_3 \cdot SiO_2$) و کریستوبالیت در ترکیب می‌شود. در شکل ۳ تاثیر درصد تالک مصرفی بر مقدار فازهای تشکیل شده در زمینه کامپوزیت ارائه شده است. با توجه به نتایج ارائه شده در شکل ۳ مشاهده می‌شود که نسبت تالک به کائولن مورد استفاده بر روی مقدار فازهای تشکیل شده تاثیرگذار است به گونه‌ای که با افزایش درصد تالک مصرفی مقدار فاز کوردیریت افزایش و مقدار فاز مولایت کاهش می‌یابد. هم‌چنین بیش‌ترین مقدار فاز کوردیریت و

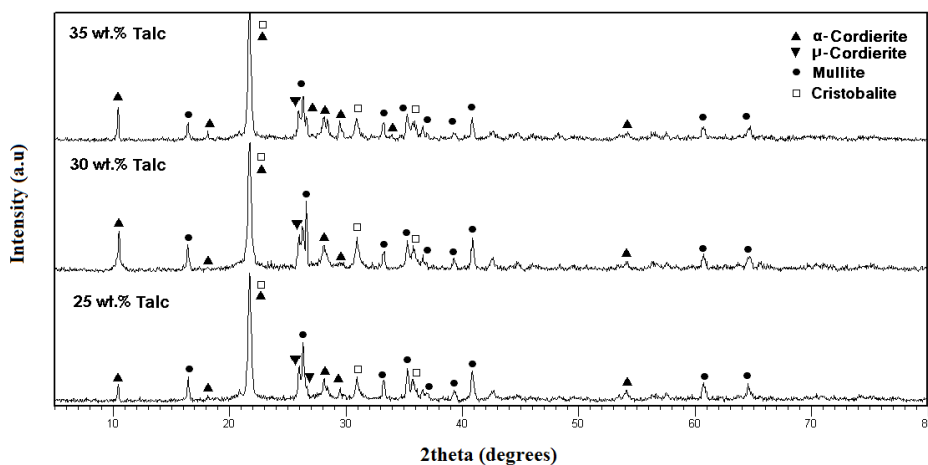
نتایج و بحث

تاثیر مواد اولیه بر ترکیب فازی زمینه کامپوزیت

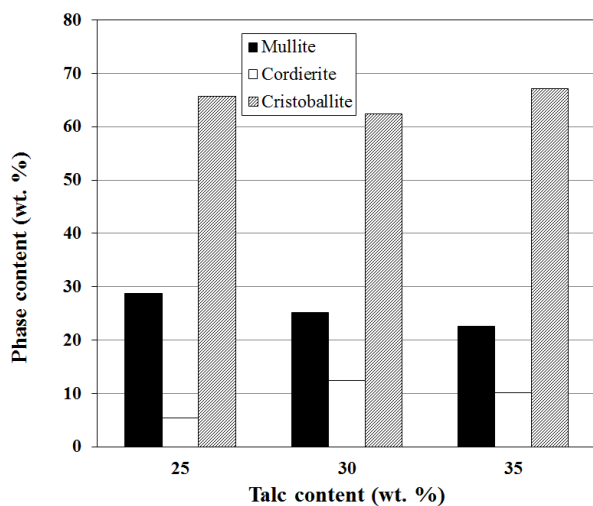
در شکل ۲ تاثیر نسبت‌های گوناگون تالک جندق به کائولن زلتیتز بر آنالیز فازی زمینه کامپوزیت (بدون ذرات کاربید سیلیسیم) پس از پخت نشان داده شده است. با توجه به نتایج آنالیز فازی شکل ۲ مشخص می‌شود که استفاده از کائولن زلتیتز و تالک جندق باعث تشکیل فازهای کوردیریت، مولایت اولیه یا شوره‌های

استفاده از تالک لوزاناک باعث تشکیل مقدار بیش‌تری از فاز کوردیریت در ترکیب شده است که این امر می‌تواند طبق جدول ۱ به دلیل مقدار بیش‌تر اکسید منیزیم در ترکیب شیمیایی تالک لوزاناک نسبت به تالک جندق باشد. هم‌چنین مقدار فاز کریستوبالیت کمتری نیز در اثر استفاده از تالک لوزاناک ایجاد شده است که به دلیل خواص نامناسب این فاز بر خواص این نوع کامپوزیت‌ها کاهش آن می‌تواند باعث بهبود خواص بدنه کامپوزیت شود. نتایج شکل ۵ نشان می‌دهند که تالک لوزاناک برای ساخت این نوع کامپوزیت‌ها مناسب‌تر است و بنابراین، برای بررسی تاثیر نوع کائولن، مورد استفاده قرار گرفت. در شکل ۶ تاثیر نوع کائولن (زلیتیز و WBB) بر آنالیز فازی ترکیب نشان داده شده است. هم‌چنین در شکل ۷ نیز تاثیر نوع کائولن مصرفی بر مقدار فازهای تشکیل شده ارائه شده است. نتایج شکل ۷ نشان می‌دهد که استفاده از کائولن WBB باعث تشکیل مقدار بیش‌تری فاز کوردیریت در ترکیب شده است ولی از طرف دیگر باعث تشکیل مقدار بیش‌تری از فاز کریستوبالیت نیز شده است. در هر دو ترکیب فاز مولایت وجود دارد که این فاز در کنار کوردیریت می‌تواند به بهبود خواص بویژه استحکام کمک کند و مقدار آن در ترکیب حاوی کائولن زلیتیز بیش‌تر می‌باشد. با توجه به مقدار کمتر فاز کریستوبالیت در ترکیب حاوی کائولن زلیتیز بنابراین برای ساخت زمینه کامپوزیت از نسبت ۳۰ درصد تالک لوزاناک به‌مراه ۷۰ درصد کائولن زلیتیز استفاده گردید.

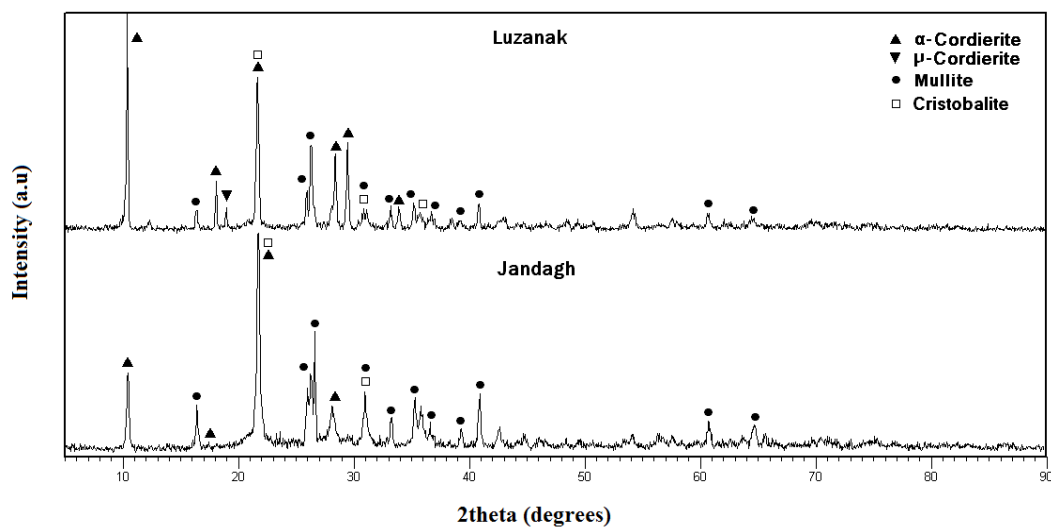
کمترین مقدار فاز کریستوبالیت در نسبت ۳۰ درصد تالک به ۷۰ درصد کائولن بدست آمده است. به دلیل خواص نامناسب فاز کریستوبالیت از جمله ضریب انبساط حرارتی بالا ($17/5 \times 10^{-6} / K$ در محدوده دمایی $20-700^\circ C$) به عنوان فاز نامناسب در این کامپوزیت‌ها محسوب شده و بر روی خواص بدنه کامپوزیت همانند مقاومت به شوک حرارتی و استحکام نهایی تاثیر نامناسب دارد [۳]. بنابراین، نسبت ۳۰ درصد تالک به ۷۰ درصد کائولن برای بررسی تاثیر نوع تالک انتخاب شد. به‌گونه‌ی کلی در اثر واکنش بین کائولن با تالک در دمای مناسب فاز کوردیریت می‌تواند تشکیل شود. در این ارتباط مواد اولیه مورد استفاده (تالک و کائولن) باید حاوی درصد مناسبی از اکسیدهای تشکیل دهنده همانند MgO ، Al_2O_3 و SiO_2 باشند تا واکنش‌ها به‌گونه مناسب صورت گیرد و فازهای مناسب همانند کوردیریت با مقادیر مطلوب تشکیل شوند. بنابراین، آنالیز شیمیایی مواد اولیه از اهمیت زیادی در این ارتباط برخوردارند. هم‌چنین نسبت بین مواد اولیه نیز می‌تواند با توجه به واکنش‌ها تاثیر گذار باشد. در شکل ۴ تاثیر نوع تالک (جندق و لوزاناک) بر آنالیز فازی ترکیب زمینه کامپوزیت پس از پخت ارائه شده است. هم‌چنین در شکل ۵ تاثیر نوع تالک مصرفی بر مقدار فازهای تشکیل شده در زمینه کامپوزیت نشان داده شده است. با توجه به نتایج شکل ۵ مشخص می‌شود که نوع تالک مورد استفاده تاثیر زیادی بر مقدار فازهای تشکیل شده بویژه فاز کوردیریت دارد، به‌گونه‌ای که



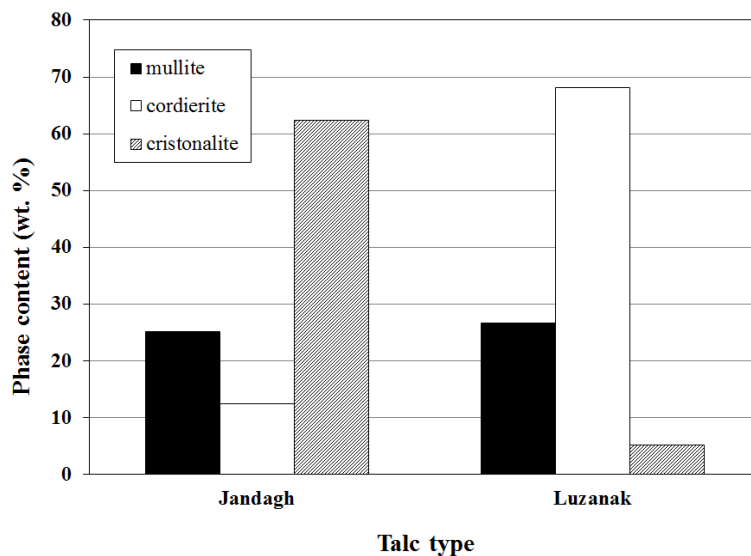
شکل ۲- آنالیز فازی ترکیب زمینه کامپوزیت حاوی نسبت‌های گوناگونی از تالک جندق به کائولن زلیتیز.



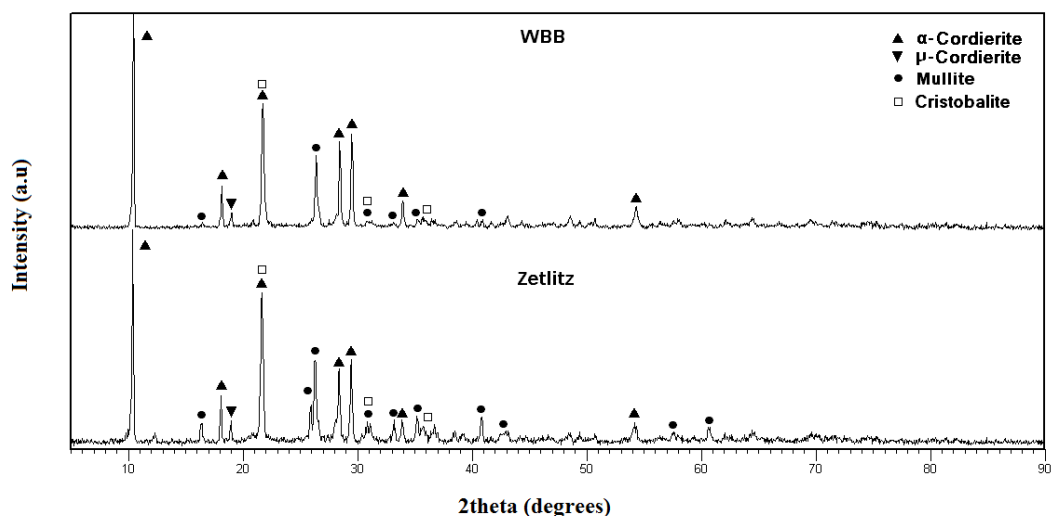
شکل ۳- تاثیر مقدار تالک مصرفی بر مقدار فازهای تشکیل شده در ترکیب زمینه کامپوزیت.



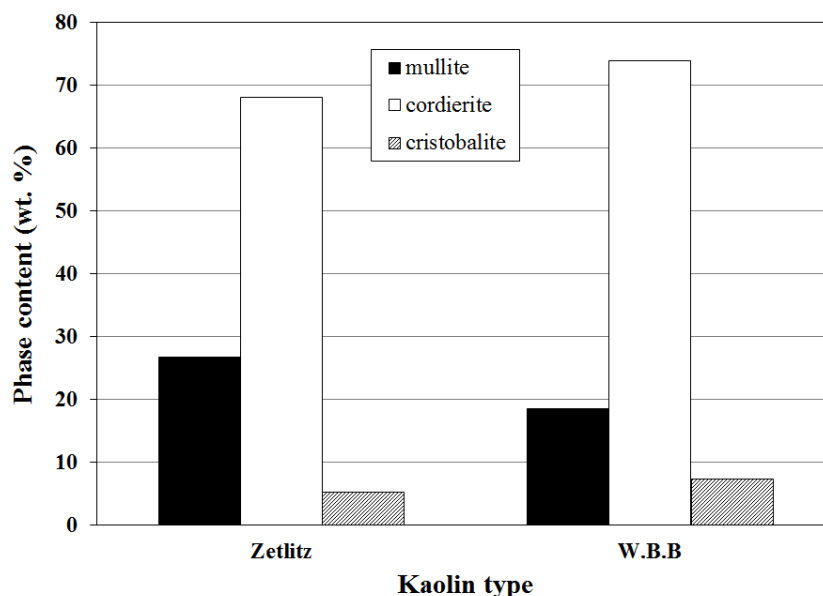
شکل ۴- آنالیز فازی ترکیب زمینه کامپوزیت حاوی تالک های گوناگون به همراه کائولن زلیبتز.



شکل ۵- تاثیر نوع تالک مصرفی بر مقدار فازهای تشکیل شده در ترکیب زمینه کامپوزیت.



شکل ۶- آنالیز فازی ترکیب زمینه کامپوزیت حاوی کائولن‌های گوناگون به‌مراه تالک لوزاناک.



شکل ۷- تاثیر نوع کائولن مصرفی بر مقدار فازهای تشکیل شده در ترکیب زمینه کامپوزیت.

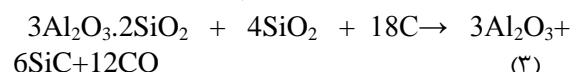
امر در نتایج آنالیز فازی مشهود است. اما از طرف دیگر با افزایش مقدار کاربید سیلیسیم مقدار فاز مولایت نیز افزایش می‌یابد. هم‌چنین با توجه به نتایج مشخص می‌شود که در ترکیب کامپوزیت متخلخل ساخته شده با استفاده از گرافیت بعنوان عامل تخلخل زا فاز کوراندوم (Al_2O_3) نیز تشکیل شده است. به‌گونه کلی با افزایش دما در حدود $550^\circ C$ کائولن مصرفی مطابق واکنش ۱ به متاکائولن تجزیه می‌شود و آب کریستالی خود را از دست می‌دهد. با افزایش دما و در $980^\circ C$ متاکائولن مطابق

تاثیر مقدار کاربید سیلیسیم بر آنالیز فازی

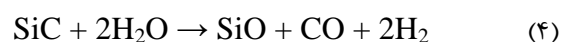
در شکل ۸ تاثیر درصدهای گوناگون کاربید سیلیسیم بر آنالیز فازی کامپوزیت متخلخل شده با استفاده از ۳۰ درصد وزنی گرافیت ارایه شده است. هم‌چنین در شکل ۹ تاثیر درصدهای گوناگون کاربید سیلیسیم مصرفی بر مقدار فازهای تشکیل شده در این بدنه کامپوزیت نشان داده شده است. با توجه به نتایج شکل ۹ مشخص می‌شود که با افزایش مقدار کاربید سیلیسیم از مقدار فاز کوردیریت کاسته می‌شود که این

شدن تخلخل های کامپوزیت شود ولی به هر حال به دلیل آمورف بودن تاثیر منفی بر استحکام خمشی کامپوزیت خواهد داشت [۹-۷]. در شکل ۱۰ تاثیر مقادیر گوناگون کاربید سیلیسیم بر مقاومت در برابر شوک حرارتی و هم-چنین دیرگدازی تحت بار ترکیب کامپوزیت نشان داده شده است. با توجه به نتایج شکل ۱۰ مشخص می شود که با افزایش مقدار کاربید سیلیسیم مقدار استحکام باقیمانده پس از اعمال شوک حرارتی کاهش یافته و همزمان دیرگدازی تحت بار بدنه افزایش نشان می دهد. با توجه به نتایج ارائه شده در شکل ۹ می توان علت این تغییرات را به تغییرات مقدار فاز کوراندوم در ترکیب با افزودن کاربید سیلیسیم نسبت داد. فاز کوراندوم دارای نقطه ذوب بالایی است (2072°C) بنابراین، با تشکیل آن در بدنه باعث افزایش دیرگدازی تحت بار ترکیب نیز می شود [۱۳-۸]. بدین ترتیب بدنه کامپوزیت دارای ۵۰ درصد کاربید سیلیسیم به دلیل داشتن مقدار فاز کوراندوم بالاتر از دیرگدازی تحت بار بیش تری نیز برخوردارند. اما از طرف دیگر فاز کوراندوم دارای ضریب انبساط حرارتی بالاتری ($8/1 \times 10^{-6}/\text{K}$) در محدوده دمای ($20-700^{\circ}\text{C}$) نسبت به فازهای کوردیریت ($1/7-2/4 \times 10^{-6}/\text{K}$) در محدوده دمای ($20-700^{\circ}\text{C}$) و مولایت ($5/4 \times 10^{-6}/\text{K}$) در محدوده دمای ($20-700^{\circ}\text{C}$) است و بنابراین، با تشکیل آن از مقاومت در برابر شوک حرارتی بدنه کاسته خواهد شد. نتایج شکل ۱۰ نیز نشان می دهد ترکیب کامپوزیت ساخته شده با ۷۰ درصد کاربید سیلیسیم از استحکام باقیمانده بالاتری پس از آزمون شوک حرارتی برخوردارند. با توجه به نتایج شکل ۱۰ مقدار ۶۰ درصد کاربید سیلیسیم به همراه ۴۰ درصد زمینه کامپوزیت انتخاب گردید تا بدنه کامپوزیت از دیرگدازی تحت بار و مقاومت در برابر شوک حرارتی مناسبی به گونه همزمان برخوردار شود. در این ارتباط نسبت های مشابه ای نیز در کارهای تحقیقاتی Liu [۳] و هم چنین Ding [۴] و همکارانش استفاده شده است که می تواند تأیید کننده نتایج حاصل باشد.

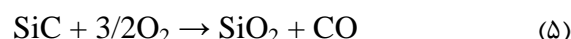
واکنش ۲ به مولایت و سیلیس (کریستوبالیت) تجزیه می-شود. وجود کربن در ترکیب به علت خاصیت احیاءکنندگی می تواند مطابق واکنش ۳ باعث احیاء مولایت و در نتیجه تشکیل فاز کوراندوم شود [۱۴-۸]:



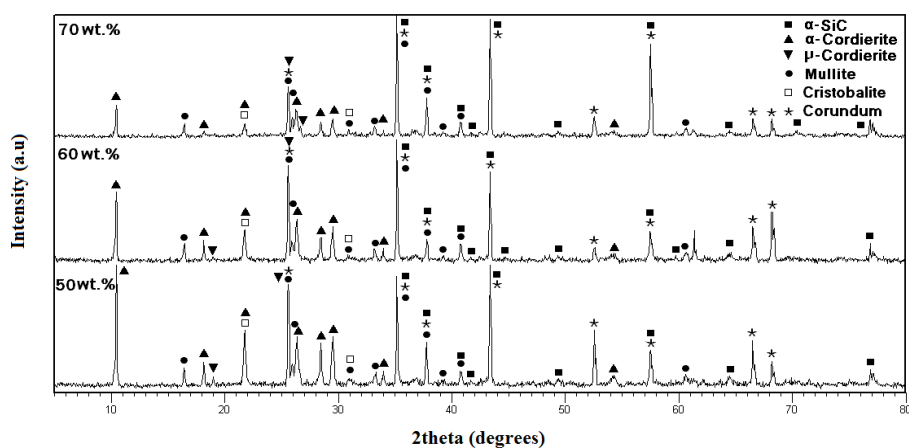
هم چنین بخار آب خارج شده ناشی از تجزیه کائولن (واکنش ۱) می تواند طبق واکنش ۴ باعث تجزیه کاربید سیلیسیم و تشکیل گاز هیدروژن شود که این گاز نیز می-تواند در تشدید شرایط احیایی موثر باشد.



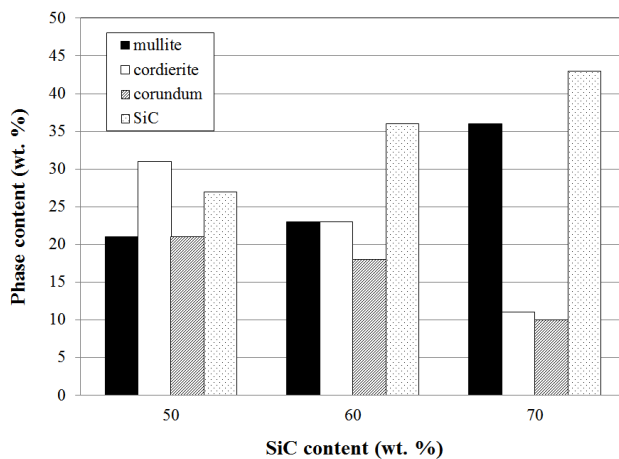
بنابراین، حضور گرافیت بعنوان یک عامل کربنی و هم چنین کاربید سیلیسیم در این کامپوزیت ها می تواند باعث تشکیل فاز کوراندوم شود. اما نتایج شکل ۹ نشان می دهد که با افزایش مقدار کاربید سیلیسیم در ترکیب کامپوزیت، مقدار فاز کوراندوم تشکیل شده کاهش می یابد. از دلایل این امر می توان به کاهش مقدار رس مصرفی در ترکیب اولیه کامپوزیت با افزایش مقدار کاربید سیلیسیم اشاره کرد. هم چنین فاز کوراندوم تشکیل شده نیز در حضور سیلیس (آمورف) ناشی از اکسیداسیون سطحی ذرات کاربیدسیلیسیم (واکنش ۵) می تواند باعث تشکیل فاز مولایت سوزنی شکل (واکنش ۶) شود و از مقدارش در ترکیب کامپوزیت کاسته شود.



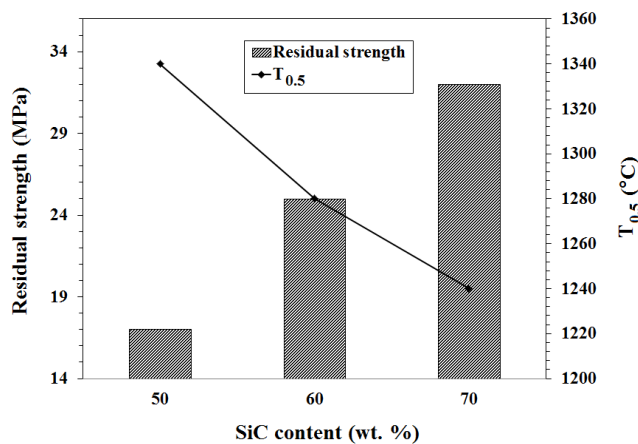
بنابراین، با افزایش مقدار کاربید سیلیسیم مقدار فاز مولایت نیز افزایش می یابد ولی در هر حال بخشی از سیلیس تشکیل شده ناشی از اکسیداسیون ذرات کاربید سیلیسیم در واکنش شرکت نمی کند و بصورت آمورف در ترکیب نهایی دیده می شود. به دلیل سوزنی بودن فاز مولایت ثانویه تشکیل آن می تواند به افزایش استحکام کمک کند و تشکیل سیلیس آمورف نیز می تواند باعث پر



شکل ۸- آنالیز فازی ترکیبات حاوی درصدهای گوناگون کاربید سیلیسیم.



شکل ۹- تاثیر مقدار کاربید سیلیسیم بر مقدار فازهای تشکیل شده در بدنه کامپوزیت.

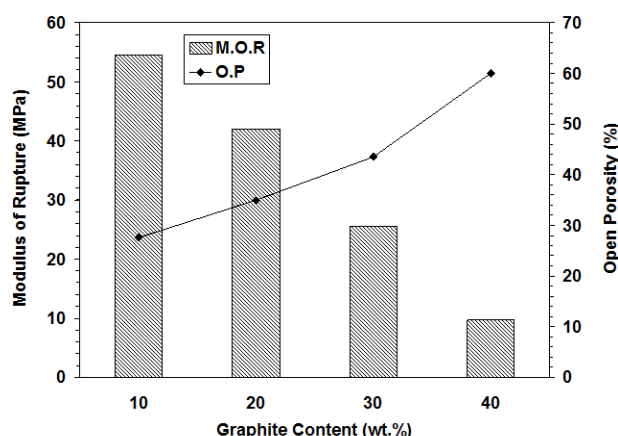


شکل ۱۰- تاثیر مقادیر گوناگون کاربید سیلیسیم بر مقاومت در برابر شوک حرارتی (استحکام باقیمانده) و مقدار دیرگدازی تحت بار بدنه کامپوزیت.

تخلخل، مقاومت در برابر شوک حرارتی این نوع کامپوزیت های متخلخل و هم چنین تافنس شکست آنها بهبود یابد. از طرف دیگر کاهش تخلخل باعث کاهش نفوذپذیری و در نتیجه کاهش عملکرد این نوع کامپوزیت های متخلخل می شود. بنابراین، مقدار تخلخل باید در حد بهینه کنترل شود که بدین منظور مقدار ۳۰ درصد گرافیت برای ساخت این نوع کامپوزیت ها بعنوان مقدار بهینه در نظر گرفته شد. مقدار ۳۰ درصد گرافیت مطابق شکل ۱۱ می تواند مقدار تخلخل مورد نیاز برای این نوع کامپوزیت ها را به همراه مقدار حداقل استحکام لازم فراهم کند. نتایج مشابهی نیز در کار تحقیقاتی [۶] S. Liu و همکارانش بدست آمده است.

تاثیر مقدار گرافیت بر مقدار تخلخل و استحکام مکانیکی

در شکل ۱۱ تاثیر درصدهای گوناگون گرافیت بر استحکام فشاری و مقدار تخلخل کامپوزیت های ساخته شده با استفاده از گرافیت به عنوان عامل ایجاد تخلخل ارایه شده است. با توجه به نتایج شکل ۱۱ و همان گونه که انتظار می رفت افزایش مقدار گرافیت باعث افزایش درصد تخلخل و در نتیجه کاهش استحکام این نوع کامپوزیت ها می گردد. به گونه کلی تخلخل های ساختار می توانند مانع گسترش ترک در ساختار گردند. بدین ترتیب علی رغم افت استحکام، امکان گسترش ترک ها با افزایش مقدار تخلخل کاهش می یابد. بنابراین، انتظار می رود که با افزایش مقدار



شکل ۱۱- تاثیر مقدار گرافیت بر استحکام خمشی (M.O.R) و درصد تخلخل (O.P) کامپوزیت

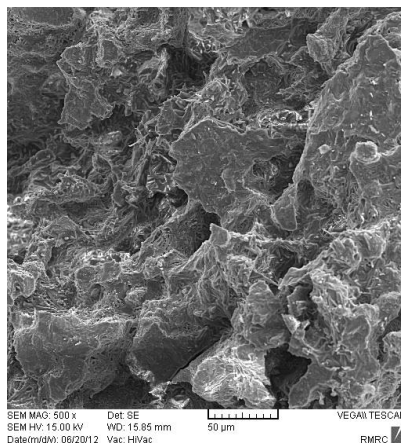
ایجاد شده اند. تخلخل های ناشی از تجمع ذرات کاربید سیلیسیم تا حدودی پس از پخت در دمای 1250°C می توانند ناپدید شوند [۲]. این امر می تواند به دلیل تشکیل لایه انبساطی اکسید سیلیسیم بر روی سطح کاربید سیلیسیم در دمای بالا باشد. با توجه به تصاویر ارائه شده در شکل ۱۳ که بزرگنمایی بالاتری را ارائه می کند مشخص می گردد بین ذرات ترکیب کامپوزیت فاز سوزنی شکل مولایت به خوبی تشکیل شده و رشد یافته و در همه جای ساختار نیز حضور دارد. نتایج آنالیز نقطه ای EDX مربوط به نقاط A و B که در شکل های ۱۴ و ۱۵ ارائه شده مشخص کننده ی تشکیل فازهای مولایت (A) و کوردیریت (B) بین ذرات کاربید سیلیکون است. با توجه به تصاویر، اتصال گردنه ای مناسبی بین ذرات

بررسی های ریزساختاری

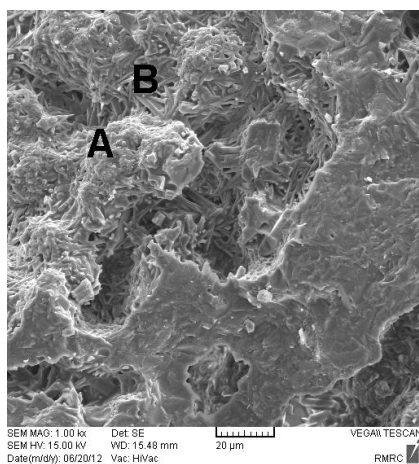
شکل های ۱۲ و ۱۳ تصویر میکروسکپ الکترونی از سطح شکست کامپوزیت تهیه شده با درصدهای مناسب و بهینه از مواد اولیه مصرفی (۳۰ درصد وزنی گرافیت، ۴۲ درصد وزنی کاربید سیلیسیم، ۱۹/۶ درصد وزنی کائولن زلتیتز و ۸/۴ درصد وزنی تالک لوزاناک) را پس از پخت نشان می دهد. در تصاویر میکروسکوپی ارائه شده یک ساختار متخلخل و دارای تخلخل های نسبتاً پیوسته دیده می شود. به گونه کلی دو نوع تخلخل در ساختار دیده می شود. یک نوع شامل تخلخل های کوچک که می توانند از تجمع ذرات کاربید سیلیسیم در ترکیب ناشی شده باشد [۶]. نوع دیگر شامل تخلخل های بزرگی می باشد که از راه سوختن گرافیت (با متوسط اندازه ذرات کمتر از $45\mu\text{m}$)

طرف دیگر فاز کوردیریت خواص مکانیکی مناسبی بویژه در دماهای بالا ندارد. بدین ترتیب تشکیل فاز مولایت در کنار فاز کوردیریت به عنوان فاز اتصالی زمینه می‌تواند شرایط مناسب‌تری را به لحاظ خواص مکانیکی برای این نوع کامپوزیت‌ها فراهم کند. در شکل ۱۶ تصویر میکروسکوپ نوری از کامپوزیت متخلخل شده با استفاده از اسفنج پلی اورتان ارائه شده است. با توجه به تصویر ارائه شده در شکل ۱۶ ساختار این نوع کامپوزیت از بخش‌های حفره، پل و سلول تشکیل یافته است. بر خلاف نمونه‌های متخلخل شده با استفاده از گرافیت که ساختاری با تخلخل‌های بسیار ریز دارند (شکل‌های ۱۲ و ۱۳) نمونه‌های متخلخل شده با اسفنج پلی‌اورتان ساختار سلولی بازی با تخلخل‌های بزرگ‌تر و به هم پیوسته‌ای داشته که در نتیجه موجب کاهش چشمگیر استحکام مکانیکی می‌شود.

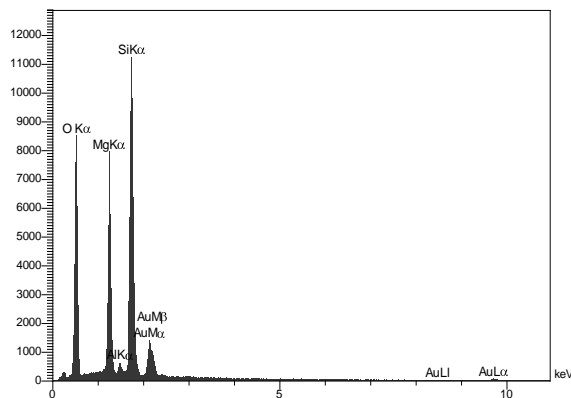
کاربید سیلیسیم و فاز اتصالی زمینه دیده می‌شود که تشکیل مناسب فاز اتصالی کوردیریت بهمراه مولایت را تأیید می‌کند. طبق پژوهش دینگ [۴] و همکارانش مولایت سوزنی شکل از نفوذ ذرات ریزدانه α -آلومینا در فاز شیشه‌ی ویسکوز (کریستوبالیت) در دمای بالای 1400°C شروع به تشکیل می‌کند، در حالی که در این پژوهش مولایت به همراه فاز کوردیریت در 1250°C تشکیل شده است. همان‌گونه‌ای که اشاره شد گرافیت بهمراه کاربید سیلیسیم می‌تواند رس را احیاء کند و باعث تشکیل فاز کوراندوم گردد. با افزایش دما کوراندوم تشکیل شده می‌تواند با سیلیس آمورف ناشی از اکسیداسیون سطحی کاربید سیلیسیم وارد واکنش شود و تشکیل مولایت سوزنی دهد. تشکیل مولایت سوزنی بین ذرات سیستم بر خلاف مولایت شوره‌ای می‌تواند به بهبود استحکام مکانیکی کمک کند. به‌گونه‌کلی مولایت در دماهای بالا، استحکام مکانیکی خود را حفظ می‌کند. از



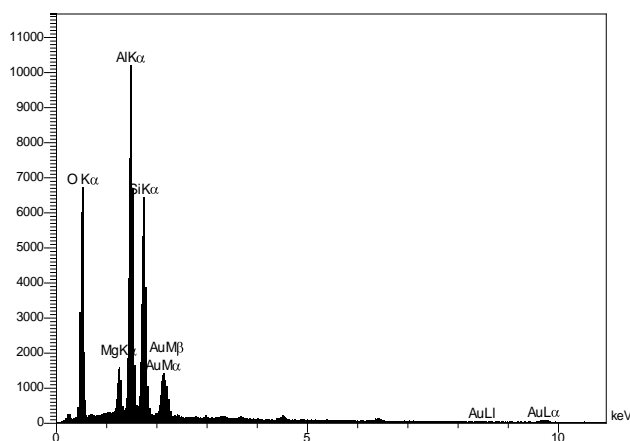
شکل ۱۲- تصویر میکروسکپ الکترونی از سطح شکست کامپوزیت تهیه شده با درصد‌های مناسب و بهینه از مواد اولیه مصرفی (۳۰ درصد وزنی گرافیت، ۴۲ درصد وزنی کاربید سیلیسیم، ۱۹/۶ درصد وزنی کائولن زلتیتز و ۸/۴ درصد وزنی تالک لوزاناک).



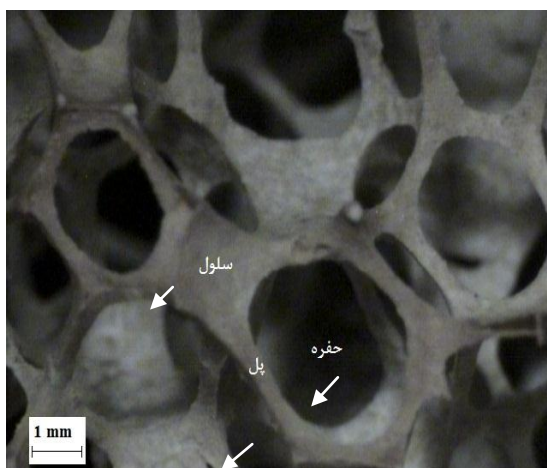
شکل ۱۳- تصویر میکروسکپ الکترونی از سطح شکست کامپوزیت تهیه شده با درصد های مناسب و بهینه از مواد اولیه مصرفی (۳۰ درصد وزنی گرافیت، ۴۲ درصد وزنی کاربید سیلیسیم، ۱۹/۶ درصد وزنی کائولن زلتیتز و ۸/۴ درصد وزنی تالک لوزاناک).



شکل ۱۴- نتایج آنالیز EDX مربوط به نقطه A در شکل ۱۲.



شکل ۱۵- نتایج آنالیز EDX مربوط به نقطه B در شکل ۱۲.



شکل ۱۶- تصویر میکروسکوپ نوری از کامپوزیت متخلخل شده با استفاده از اسفنج پلی اورتان.

نتیجه گیری

در این پژوهش، کامپوزیت‌های متخلخل بر پایه کاربرد سیلیسیم با اتصال کوردیریتی و دارای خواص مناسب ساخته شد و اثرات عوامل گوناگون بر خواص آنها مورد ارزیابی قرار گرفت. نتایج نشان داد که نسبت بین تالک و کائولن‌های مورد استفاده بعنوان مواد اولیه تأثیر زیادی بر مقدار فاز کوردیریت و دیگر فازهای تشکیل شده دارد. با توجه به نتایج فازهای کریستوبالیت و مولایت اولیه علاوه بر کوردیریت در بدنه می‌توانند تشکیل شوند که مقدار آنها به ترکیب مواد اولیه وابسته است. مناسب‌ترین درصد کوردیریت با نسبت ۳۰ درصد تالک لوزاناک و ۷۰ درصد کائولن زلتیتز بدست آمد. با توجه به نتایج آنالیز فازی استفاده از گرافیت به‌مراه کاربرد سیلیسیم باعث تشکیل فاز کوراندوم در ترکیب می‌گردد، تشکیل فاز کوراندوم را می‌توان به خاصیت احیاء‌کنندگی گرافیت نسبت داد. با افزایش دما فاز کوراندوم می‌تواند با سیلیس آمورف ناشی از اکسیداسیون سطحی ذرات کاربرد سیلیسیم وارد واکنش شود و تشکیل مولایت سوزنی شکل دهد. تشکیل مولایت ثانویه بین ذرات بدنه برخلاف مولایت اولیه می‌تواند به بهبود استحکام مکانیکی کمک کند. هم‌چنین نوع و مقدار عامل ایجاد تخلخل نیز بر استحکام تأثیر زیادی دارد. در این ارتباط مناسب‌ترین مقدار کاربرد سیلیسیم ۶۰ درصد وزنی و بهترین مقدار گرافیت بعنوان عامل ایجاد تخلخل ۳۰ درصد تعیین شد. بررسی‌های ریزساختاری نیز توزیع مناسب ذرات کاربرد

سیلیسیم در زمینه و تشکیل مناسب فاز اتصال کوردیریت- مولایت را بین ذرات کاربرد سیلیسیم تأیید کرد.

References

1. M. V. Twigg and J. T. Richardson, "Theory and Applications of Ceramic Foam Catalysts", Chemical Engineering Research and Design, Vol. 80, pp. 183-189, 2002.
2. S. Zhu, S. Ding, H. Xi, Q. Li and R. Wang, "Preparation and characterization of SiC/cordierite composite porous ceramics", Ceramics International, Vol. 33, pp. 115-118, 2007.
3. S. Liu, Y. Zeng and D. Jiang, "Fabrication and characterization of cordierite-bonded porous SiC ceramics", Ceramics International, Vol. 35, pp. 597-602, 2009.
4. S. Ding, S. Zhuc, Y. Zeng and D. Jiang, "Fabrication of mullite-bonded porous silicon carbide ceramics by in situ reaction bonding", Journal of the European Ceramic Society, Vol. 27, pp. 2095-2102, 2007.
5. ا.ج. جمشیدی، ا. نجفی، ن. عرب و م. قهاری، "بررسی تأثیر عوامل مهم در ساخت فیلترهای فومی سرامیکی بر پایه کاربرد سیلیسیم بمنظور کاربرد در صنایع ریخته‌گری چدن" مجله مواد نوین، سال ۲ شماره ۳، ص ۶۹-۷۸، بهار ۱۳۹۱
6. S. Liu, Y. Zeng and D. Jiang, "Effects of CeO₂ addition on the properties of

of an Iranian clay", *Ceramics International*, Vol. 28, pp. 887–892, 2002.

- cordierite-bonded porous SiC ceramics", *Journal of the European Ceramic Society*, Vol. 29, pp. 1795–1802, 2009.
7. J.H. She, T. Ohji and S. Kanzaki, "Oxidation bonding of porous silicon carbide ceramics with synergistic performance", *Journal of the European Ceramic Society*, Vol. 24, pp. 331–334, 2003.
 8. S. Zhu, S. Ding, H. A. Xi and R. Wang, "Low-temperature fabrication of porous SiC ceramics by preceramic polymer reaction bonding", *Materials Letter*, Vol. 59, pp. 595-597, 2005.
 9. X. Zhu, D. Jiang and S. Tan, "Preparation of silicon carbide reticulated porous ceramics", *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 323, pp. 232–238, 2002.
 10. R. Goren, H. Gocmez and C. Ozgur, "Synthesis of cordierite powder from talc, diatomite and alumina", *Ceramics International*, Vol. 32, pp. 407-409, 2006.
 11. G. V. Grses and E. P. Meagher, "The Polymorphism of Cordierite I: The Crystals Structure of Indialite", *Canadian Mineralogist*, Vol. 15, p. 4349, 1977.
 12. W. Chi, D. Jiang, Z. Huang and S. Tan, "Sintering behaviour of porous SiC ceramics", *Ceramics International*, Vol. 30, pp. 869–874, 2004.
 13. U. Soy, A. Demir and F. Caliskan, "Effect of bentonite addition on fabrication of reticulated porous SiC ceramics for liquid metal infiltration", *Ceramics International*, Vol. 37, pp. 15–19, 2011.
 14. C. Falamaki, T. Ebadzadeh, "Kinetic investigation of the carbothermal reduction